

⑫ 公開特許公報 (A)

平3-151319

⑬ Int.CI.⁵

A 61 K 7/18

識別記号

序内整理番号

7252-4C

⑬ 公開 平成3年(1991)6月27日

審査請求 未請求 請求項の数 17 (全7頁)

⑭ 発明の名称 新規歯磨組成物

⑬ 特 願 平2-284125

⑬ 出 願 平2(1990)10月22日

優先権主張

⑬ 1989年10月23日⑬米国(US)⑬425093

⑭ 発明者

アルバート サンーチ アメリカ合衆国ミズーリ州セント ルイス, ダンバーズ
チヤン ドライブ 1233

⑭ 出願人

モンサント カンパニー アメリカ合衆国ミズーリ州セントルイス, ノース リンド
ー バーグ ブールバード 800

⑭ 代理人

弁理士 浅村 皓 外3名

明細書

1. 発明の名称

新規歯磨組成物

2. 特許請求の範囲

(1) トリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物、フッ化物イオン源および歯磨組成物に用いられる他の一般的成分を DCPD に対して約 0.4% から約 5 重量% 含む DCPD から成る歯磨組成物。

(2) トリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物は $Zn_2NaP_3O_{10} \cdot 9H_2O$ である、請求項1記載の歯磨組成物。

(3) DCPD はトリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物を DCPD に対して約 0.7% から約

3.7 重量% 含む、請求項2記載の歯磨組成物。

(4) DCPD は DCPD 中に MoO を約 0.1% から約 0.6 重量% 供する TMP を含む、請求項3記載の歯磨組成物。

(5) DCPD は DCPD 中に MoO を約 0.3% から約 0.5 重量% 供する TMP を含む、請求項4記載の歯磨組成物。

(6) DCPD はトリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物を DCPD に対し約 1.2% から約 2.7 重量% 含む、請求項3記載の歯磨組成物。

(7) DCPD は DCPD 中に MoO を約 0.3% から約 0.5 重量% 供する TMP を含む、請求項6記載の歯磨組成物。

(8) トリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物は $Zn_2NaP_3O_{10} \cdot 12H_2O$ である、請求項1記載の歯磨組成物。

(9) トリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物を DCPD に対し約 0.4% から約 5.0 重量% 含む DCPD から成る歯磨組成物を含む、歯磨生成物。

(10) トリポリリン酸亜鉛ナトリウムは $Zn_2NaP_3O_{10} \cdot 9H_2O$ である、請求項9記載の歯磨生成物。

(11) DCPD はトリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物を DCPD に対し約 0.7% から約 3.7 重量% 含む、請求項10記載の歯磨組成物。

(12) DCPD は DCPD 中に MoO を約 0.1

めに少量の無機亜鉛塩類をDCPD粉末に配合し、ついで練歯磨に混合する歯磨き生成物として用いる。好ましい塩として亜鉛とナトリウムが任意の割合のトリポリリン酸亜鉛ナトリウムをリン酸二カルシウム・2水和物に対して約0.4%から5.0重量%、好ましくは約0.7%から約3.7重量%および更に好ましくは約1.2%から約2.7重量%をリン酸二カルシウム・2水和物粉末に混合する。

劣化物安定性の要件に加え、DCPDおよび生成するDCPD-基剤歯磨は「セットテスト」および「簡易フッ化物安定性テスト」のような補助的な試験において向上した性能を示す。

DCPDにトリポリリン酸亜鉛ナトリウム塩を添加するとセットテストおよび簡易フッ化物安定性テストにおいてDCPDの機能を有意に改善することが分ったが、DCPDに対して約0.1%から約0.6重量%、好ましくは約0.3%から0.5重量%の範囲で、好ましいリン酸三マグネシウム・8水和物(TMP)のようなマグネシウ

ム塩類を酸化マグネシウム(MgO)に添加すると、特にセットテストにおいてDCPDの改善した性能を提供する。DCPDにトリポリリン酸亜鉛ナトリウム塩など共にマグネシウム塩を添加すると、練歯磨中の成分としての性能を測定するのに用いる試験において、DCPDの性能を相乘的に高める。しかしながら、主な利点はDCPDにトリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物を加えて得る。

リン酸二カルシウム・2水和物(DCPD)練歯磨又は歯磨き料に用いる歯磨き生成物である。DCPD-基剤歯磨組成物は研磨剤又は磨き剤としてDCPDおよびフッ化イオン源および歯磨組成物の通常用いる他の成分を含む。歯磨組成物の通常用いる他の成分は風味づけ物質としてエステル類および冬青、ハッカ、ミドリハッカ等の油類および発泡剤として炭素原子約8個から18個のアルキル基を有する水溶性アルキルおよびアルキルエーテル類および炭素原子10個ないし18個を持つ脂肪酸類のスルホン化モノグリセリドの水溶性塩類、炭素原子10個から18個を有す

る硫酸化脂肪アルコールの水溶性塩類、イセチオニ酸の脂肪酸エステルの塩類およびタウリン類の脂肪酸アミド類の塩類がある。増粘剤としてカルボキシメチルセルロースナトリウムのようなセルロースエーテル類の水溶性塩類、天然ガムおよびコロイド状ケイ酸マグネシウムアルミニウム又は微粉砕したシリカを含む。潤滑剤としてはグリセリン、ソルビトールおよび他の多価アルコールを含む。もし望むなら適当な着色料を歯磨き料に加えることもできる。

フッ化化合物は約1000ppmの濃度でフッ化イオンを歯磨き料又は練歯磨に加える。しかし、貯蔵中にフッ化イオンは歯磨き料中の他の物質、特にDCPDと反応して不溶性フッ化化合物を生成する。従って、利用できるフッ化物、即ち歯磨き料中で虫歯を防ぐ働きをするフッ化物イオン類の三分の一を使用する前に失う。DCPDにトリポリリン酸亜鉛化合物を添加すると不溶性フッ化化合物の生成を減じてDCPDのフッ化物イオン安定度を著しく高める。不溶性フッ化化合物の生

成減少は歯磨き料中に使用者の歯を虫歯から守る反応性イオンとしてのフッ化物イオンをより多く残すことを意味する。加えて、トリポリリン酸亜鉛塩類はDCPDの安定度を高める。

2つのトリポリリン酸亜鉛化合物がリン酸二カルシウム・2水和物(DCPD)のフッ化物安定度の向上に非常に有効なのが分った。両化合物はDCPDの存在下でフッ化物イオン安定度の著しい増加をもたらし、DCPD生成物のある特別の配合物が歯磨き料中の研磨剤としての使用の明確性に適合するかどうかを決定するのに用いる試験の一つであるセットテストにおけるDCPDの安定度を向上する。非常に有効であると分った二つのトリポリリン酸亜鉛化合物は

$Zn_2Na_3P_3O_{10} \cdot 9H_2O$ および
 $ZnNa_3P_3O_{10} \cdot 12H_2O$ およびこれら二つの化合物の混合物である。トリポリリン酸亜鉛ナトリウムはフッ化物イオン安定度およびDCPDのセットテスト性能を著しく高めることは分ったが、塩化亜鉛、酸化亜鉛、オルトリリン酸

溶である。これらの化合物から遊離する少量の亜鉛イオンおよびトリポリリン酸塩陰イオンが DCPD に高いフッ化物安定度を供するが、これらの化合物の低い溶解度はトリポリリン酸塩イオンによる DCPD からの遊離カルシウムイオンの完全な補捉を妨げる。それ故、トリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物は DCPD の長期安定化に対し亜鉛およびトリポリリン酸塩イオンの緩慢な放出原料になり得る。

歴史的には、DCPD 生成物をリン酸三マグネシウム (TMP)、リン酸二マグネシウム (DMP) およびビロリン酸マグネシウムのようなマグネシウム塩で安定化してきた。安定化の確実な本質は分っていないが、マグネシウムとビロリン酸塩類の作用は DCPD の結晶表面上でのマグネシウムイオン又はビロリン酸陰イオンの吸収で起り、それによって DCPD が脱水または不均等化するのを防ぐのである。

DCPD のフッ化物安定度は事实上トリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物の添加で高まるが、

g のトリポリリン酸ナトリウム (STP)

(1.67 モル) を 5 L の水に溶かして調製した。この STP 溶液を機械的に攪拌する硫酸亜鉛溶液に加え、この攪拌は全部の STP 溶液を添加し終るまで約 2 時間続いた。白い沈殿物を滤過し、8 L の水で十分に洗い、再び滤過した。湿った塊を 50°C で乾燥し、粉碎して、92.6 g の白い粉末を得た。

成分分析で決定した粉末の組成は Zn - 23.8%、Na - 4.04% および P_2O_5 - 38.1% で、理論分析の Zn - 23%、Na - 4% および P_2O_5 - 37.4%、および白い粉末が $Zn_2NaP_3O_{10} \cdot 9H_2O$ (ZSTP) であると確定する X 線粉末回折研究と比較した。

実施例 2

対照磨き料又は練磨磨の試料 2A は、98.7 g の DCPD を 90.6 g の 0.6% ビロリン酸四ナトリウム (TSPP) 含有の 87.5% グリセリン、7.72 g の 20% モノフルオロリン酸ナトリウム (MFP) および 2.98 g のラウ

もし、トリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物が (TMP) のようなマグネシウム塩をマグネシウム塩類の代用としてではなく組み合わせて使えば、フッ化物安定度の改良はすっと増進する可能性がある。

本発明は以下の実施例でよりよく理解されるが、それらの実施例は本発明の組成物の生成および有効性を説明するものであって限定するものではない。以下の実施例中で、調製物中に残存する易溶性フッ化物イオンの量は空温で約 2 年貯蔵したのと同様の熟成促進試験後に測定された。二つの熟成促進試験を行った。第一では生成物を 60°C で 5 日間貯蔵し、第二では 49°C (120°F) で 21 日間貯蔵した。

実施例 1

以下の実施例で用いるためにトリポリリン酸亜鉛ナトリウム、 $Zn_2NaP_3O_{10} \cdot 9H_2O$ (ZSTP) を調製した。これは 105.2 g の $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ (3.66 モル) を 3 L の水に空温で溶かして調製した。第二溶液は 61.3

g のトリポリリン酸ナトリウム (STP) と混合して調製した。この調製物は約 1000 ppm の易溶性フッ化物イオン (1000 ppmF.) を含む。歯磨き料又は練磨磨の他の試料類、試料 2B から 2F は実施例 1 のトリポリリン酸亜鉛ナトリウム (ZSTP) を DCPD と乾燥混合して調製した。種々の量の ZSTP を DCPD に加えて全試料重量を 98.7 g にし、上記の各成分に加えて調製した。生じたのり状物質類は上記の熟成促進試験に用いた。のり状物質中に残存する易溶性フッ化物イオンの量 (ppmF.) を測定した。測定結果を表 1 に示す。

試料 番号	DCPD (g)	ZSTP (g)	表 1	
			試験 1 60°C で 5 日間 (ppmF.)	試験 2 49°C で 21 日間 (ppmF.)
2-A	98.7	0	788	749
B	98.0	0.7	833	796
C	97.3	1.4	854	827
D	96.6	2.1	863	824
E	95.2	3.5	858	844
F	98.3	0.4	806	792

塩化マグネシウムおよび過塩化マグネシウムのような易溶性マグネシウム塩類はDCPDの脱水を抑えることができ、従って、DCPDのセットテスト能を向上することができる。しかし、多くの易溶性マグネシウム塩類は吸湿性で、それ故、DCPD生成物に混合した時固形化の問題を生じる可能性がある。さらに、過剰の易溶性マグネシウム塩類があると、マグネシウムイオンが速やかにフッ化物イオンと反応して不溶性フッ化マグネシウムを生成するので、DCPD生成物のフッ化物安定度は低下する。

リン酸三マグネシウム八水和物(TMP)およびリン酸二マグネシウム三水和物(DMP)のような不溶性マグネシウム塩類はDCPDの脱水を抑え、セットテスト中のDCPDの性能を高めるのが分った。TMPはDCPDの脱水抑制においてDMPより優れている故に、セットテストのためにDCPDの安定剤としてまず第一に選択して用いる。しかし、DCPDにおけるフッ化物安定度はDCPD中のMgO含量が約0.6%以上の

物がスライドガラスの下端に達した時、スライドガラスを平らに置いた。冷えたスラリーのもしあれば粗粒子生成物および流出物を観察した。スラリーは厚くなり乾いてきて、沢山の大きな粗粒子を生成した。

実施例6

実施例5の方法を繰り返した。29.7gのDCPDと0.3gのトリポリリン酸亜鉛ナトリウム、 $Zn_2NaP_3O_{10} \cdot 9H_2O$ の乾燥混合物を調製し、30gの87.5%グリセリン溶液と混合してスラリーを調製した。スラリーを加熱冷却後、少量をスライドグラスに載せ、実施例5に述べたようにして観察した。冷めたスラリーの粗成はよく、粗粒子は全くできなかった。この結果はDCPDへのトリポリリン酸亜鉛ナトリウムの添加はDCPDのセットテスト能を高めることを示している。

本発明の前記詳述は本発明を限定するものではない。当業者には明らかなように、上述の実施例の多くの変更や修正を本発明の精神と範囲をそれ

水準に達すると低下する。

マグネシウム塩類以外の無機化合物も又研究した。試験した種々の化合物の中でトリポリリン酸亜鉛ナトリウム類がDCPDを最もよく安定した。DCPD生成物へのトリポリリン酸亜鉛ナトリウムの添加はセットテスト能を向上し、加えてDCPD生成物のフッ化物安定度を実質的に増した。

実施例5

セットテストの対照とするために30gのDCPD試料を30gの87.5%グリセリン溶液と混合してむらのないスラリーを調製した。スラリーの約半分を試験管に入れ、その口を栓をして、100℃の水槽中に30分間置いた。加熱後、試験管のスラリーを約2時間空槽に放置して室温にまで冷却した。冷ましたスラリーを攪拌棒で軽く混ぜ、スラリーの組成を見た。冷ましたスラリーの少量、例えば1g以下をスライドグラスの上に取り、そのグラスを約60度傾けて冷えたスラリーが流れるようにした。スラリーの流出

ことなく実行できる。

代理人 渡 村 站